

①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 198 03 423 A 1**

⑤① Int. Cl.<sup>6</sup>:  
**H 01 L 21/68**  
H 01 L 21/205  
C 30 B 25/12

②① Aktenzeichen: 198 03 423.7  
②② Anmeldetag: 29. 1. 98  
②③ Offenlegungstag: 12. 8. 99

DE 198 03 423 A 1

⑦① Anmelder:  
Siemens AG, 80333 München, DE

⑦② Erfinder:  
Rupp, Roland, Dr., 91207 Lauf, DE; Wiedenhofer,  
Arno, 91058 Erlangen, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:  
DE 38 37 584 A1

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

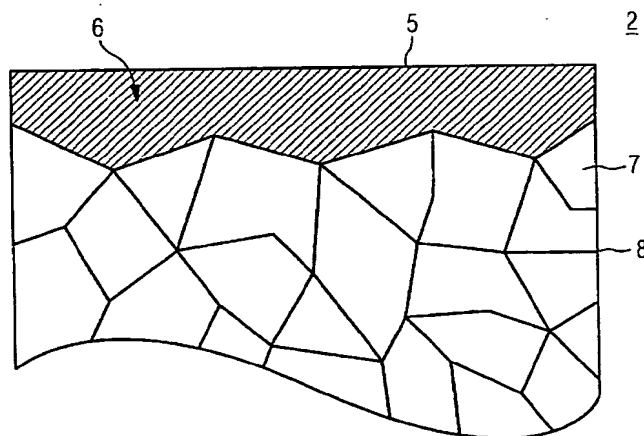
Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Substrathalterung für SiC-Epitaxie

⑤⑦ Es wird eine Substrathalterung, die eine Kontaminierung des Substrats bei der Bearbeitung, z. B. bei einer Erzeugung einer Epitaxieschicht auf dem Wafer, ausschließt, sowie ein Herstellungsverfahren dafür angegeben.

Gemäß der vorliegenden Erfindung ist eine solche Vorrichtung zum Haltern eines Substrats, die einen Suszeptor (1) als Unterlage für das zu beschichtende Substrat (2) umfaßt, dadurch gekennzeichnet, daß der Suszeptor (1) einen Einsatz (3) umfaßt, dessen Oberfläche (5) wenigstens teilweise mit einer Metallecarbidschicht (6) vorgegebener Dicke bedeckt ist.

Zum Herstellen eines Suszeptors (1) mit einer Oberflächenschicht (6) aus Metallecarbidschicht werden die Schritte Erzeugen einer metallischen Vorform, Einbetten der metallischen Vorform in ein kohlenstoffhaltiges Pulver, Aufheizen der metallischen Vorform und des kohlenstoffhaltigen Pulvers auf eine erhöhte Temperatur, Hartbearbeiten der getemperten Vorform, Anordnen der hartbearbeiteten Vorform an dem Suszeptor (1) als Einsatz (2) durchgeführt.



DE 198 03 423 A 1

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Halten eines Substrats, die einen Suszeptor als Unterlage für das zu beschichtende Substrat umfaßt, sowie ein Verfahren zum Herstellen eines solchen Suszeptors.

Das Aufwachsen von einer einkristallinen Schicht erfolgt bei Siliciumcarbid bei sehr viel höheren Temperaturen als bei anderen Halbleitern wie Silicium oder Galliumarsenid. Daher besteht ein Hauptproblem bei der Siliciumcarbid-Epitaxie in der Wahl eines geeigneten Materials als Unterlage und Befestigung des SiC-Wafers. Grund hierfür ist zum einen die hohe Prozeßtemperatur zwischen 1300°C und 2000°C und zum anderen die Notwendigkeit, einen Wasserstoffpartialdruck in der Prozeßkammer von etwa 10 kPa (0,1 atm) aufrecht zu erhalten, um ein einkristallines Wachstum mit akzeptablen Wachstumsraten ( $> 1 \mu/h$ ) zu ermöglichen. Außerdem muß eine Reaktion des Materials, das in direkten Kontakt zum SiC-Substrat steht, mit diesem Substrat verhindert werden.

Aufgrund dieser Anforderungen werden beim Stand der Technik als Materialien beschichteter und unbeschichteter Graphit sowie Werkstoffe aus Übergangsmetallen verwendet.

Unbeschichteter Graphit ist formstabil und chemisch völlig inert gegenüber SiC. Selbst bei sehr hohen Temperaturgradienten kommt es zu keiner Rißbildung durch thermische Spannungen.

Bei der genannten hohen Prozeßtemperatur von 1300 bis 1600°C und einem Wasserstoffpartialdruck von etwa 10 kPa kommt es jedoch zu einer Reaktion mit dem Wasserstoff unter Bildung von Kohlenwasserstoffen. Auch wenn die Abtragsraten in der Größenordnung von  $1 \mu/h$  sind, verschleichen diese Kohlenwasserstoffe das durch die verwendeten Prozeßgase wie z. B. Silan, Propan vorgegebene Verhältnis von Kohlenstoff zu Silicium im Bereich der Substratoberfläche hin zu Überschuß an Kohlenstoff. Dieser Effekt ist ortsabhängig und erzeugt Inhomogenitäten im Substrat. Weiterhin werden im Graphit enthaltene Verunreinigungen freigesetzt (Al, Ti, B) und in die Epitaxieschicht eingebaut. Eine Verschlechterung der Eigenschaften dieser Schicht sind die Folge.

Um hier Abhilfe zu schaffen, wurden in den letzten Jahren verstärkt Graphiteile für die Halterung des Wafers verwendet, die mit Siliciumcarbid (SiC) beschichtet sind. Eine Reaktion des Wasserstoffs mit dem Graphit kann dadurch verhindert werden, daß diese Beschichtung gasdicht gemacht wird.

Andererseits führt die Beschichtung zu einer deutlichen Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften der Teile. Temperaturgradienten in den mechanischen Teilen können zu Rissen in der Beschichtung und sogar zu einem Brechen des gesamten Teils führen. Auch nicht durchgängige Risse führen bei der üblicherweise verwendeten induktiven Heizung zu einer unkontrollierbaren Beeinflussung der Temperaturverteilung.

Darüber hinaus besteht das Problem, daß es durch den Kontakt des Wafers mit einer mit SiC beschichteten Oberfläche zu einem unerwünschten Aufwachsen von SiC kommt. Dieses Problem wird durch die hohen Prozeßtemperaturen verstärkt. Der Transportvorgang erfolgt insbesondere von der Unterlage zur Rückseite des Wafers.

Ebenso ist aus der Literatur die Verwendung von Übergangsmetallen wie Mo und Ta als Suszeptor für die SiC-Epitaxie bekannt. Beide Übergangsmetalle besitzen einen niedrigen Dampfdruck und werden vom Wasserstoff nicht angegriffen. Wie Graphit ertragen diese Metalle hohe thermische Spannungen.

Die Diffusionskonstanten von Verunreinigungen in diesen Metallen sind jedoch hoch, so daß z. B. in den Übergangsmetallen enthaltenes Al durch diesen Vorgang in die Prozeßatmosphäre gelangen und die Eigenschaften der Epitaxieschicht verschlechtern kann. Beide Metalle bilden außerdem Silicide und Carbide, es kommt somit zu einer Reaktion mit der Waferrückseite bzw. mit den Spaltprodukten des Silan und Propan. Damit ändern sich zeitabhängig die optische Eigenschaften der Materialoberfläche. Da der Wärmetransport bei den hohen Prozeßtemperaturen zu einem wesentlichen Teil über Strahlung erfolgt, ergeben sich daraus wiederum unerwünschte Rückwirkungen auf die Temperaturverteilung der Waferauflage. Ta besitzt weiterhin die Neigung, bei hohen Temperaturen Wasserstoff in seinem Kristallgitter einzulagern, was bei einem raschen Abkühlprozeß zu einer Zerstörung des Werkstücks führt. Üblicherweise muß daher der Abkühlprozeß bei etwa 1000° für ca. 1 h angehalten werden und die H-Atmosphäre z. B. durch Ar ausgetauscht werden. Dies führt zu einer unerwünschten Verlängerung des Gesamtprozesses und höheren Kosten.

Es ist die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine Substrathalterung zu schaffen, die eine Kontaminierung des Substrats bei der Bearbeitung, z. B. bei einer Erzeugung einer Epitaxieschicht auf dem Wafer, ausschließt, sowie ein Herstellungsverfahren dafür anzugeben.

Diese Aufgabe wird gelöst durch eine Vorrichtung zum Halten eines Substrats mit den Merkmalen nach Anspruch 1 und ein Verfahren zum Herstellen eines Suszeptors nach Anspruch 11. Die Unteransprüche beziehen sich auf bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung.

Die Erfindung beruht darauf, zumindest Teile der Hilfsmaterialien, die sich beim SiC-Epitaxieprozeß im Bereich hoher Temperatur befinden, durch Metalle carbide zu ersetzen. Dazu wird vorgeschlagen, die Oberfläche der Teile, die mit dem SiC-Substrat unter den genannten Umgebungsbedingungen in Berührung kommen, zu versiegeln, d. h. gasdicht zu beschichten, so daß von den Teilen kein kontaminierendes Material über die Oberfläche in das Substrat eingebaut werden (diffundieren) kann. Hierbei sind solche hochtemperaturstabilen Carbide zu wählen, die sowohl gegenüber Wasserstoff inert sind als sich auch gegenüber SiC im chemischen Gleichgewicht befinden. Weiterhin darf der Carbid-Bildner keine elektrisch aktive Verunreinigung im SiC sein (Al- und Borcarbid scheiden daher aus). Besonders geeignet sind: TaC, MoC, NbC, WC.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung zum Halten eines Substrats, die einen Suszeptor als Unterlage für das zu beschichtende Substrat umfaßt, ist dadurch gekennzeichnet, daß der Suszeptor einen Einsatz umfaßt, dessen Oberfläche wenigstens teilweise mit einer Metalle carbid-Schicht vorgegebener Dicke bedeckt ist.

Vorzugsweise ist der Einsatz so aufgebaut, daß er in seinem Querschnitt eine "sandwich"-Struktur aufweist, d. h. er besteht aus einem Kern, vorzugsweise aus Graphit oder einem Metall, der mit der Metalle carbid-Schicht bedeckt ist.

Die Dicke der Metalle carbid-Schicht auf dem Einsatz kann mit dem Abstand vom Wafer sinken. Damit ist vor allem die Oberfläche in der direkten Umgebung des Wafers versiegelt, so daß es zu keiner Diffusion kontaminierender Materialien zu dem Wafer von Teilen kommt, die direkt mit diesem in Berührung kommen. Dadurch werden auch die Herstellungskosten der entsprechenden, mit dem Wafer in Berührung kommenden Teile gesenkt.

Vorzugsweise besteht die Metalle carbid-Schicht aus TaC, MoC, NbC oder WC.

Der Einsatz kann mehrere Kacheln für jeweils ein Substrat umfassen, wobei jede Kachel darüber hinaus eine Vertiefung für ein Substrat aufweisen kann.

Das erfindungsgemäße Herstellungsverfahren für Einsätze mit einer Oberflächenschicht aus Metallcarbiden beruht auf dem Tempern einer in SiC-Pulver eingebetteten Vorform zwischen 1500°C und 2000°C und der anschließenden Hartbearbeitung zur endgültigen Formgebung. Mit diesem Prozeß wird ein Verbundwerkstoff erzeugt, der aus einer je nach Temperbedingungen mehr oder weniger dicken Carbid-Oberflächenschicht und noch nicht carbidisiertem Metall im Inneren besteht. Die Korngrenzen in diesem Metall sind dabei ebenfalls zumindest teilweise carbidisiert.

Das erfindungsgemäße Verfahren zum Herstellen eines Suszeptors mit einer Oberflächenschicht aus Metallcarbid umfaßt die Schritte Erzeugen einer metallischen Vorform, Einbetten der metallischen Vorform in ein kohlenstoffhaltiges Pulver, Aufheizen der metallischen Vorform und des kohlenstoffhaltigen Pulvers auf eine erhöhte Temperatur, Hartbearbeiten der getemperten Vorform und Anordnen der hartbearbeiteten Vorform an dem Suszeptor als Einsatz.

Vorzugsweise liegt bei dem Verfahren die erhöhte Temperatur zwischen 1500°C und 2000°C und erfolgt das Aufheizen unter erhöhtem Druck.

Das kohlenstoffhaltige Pulver umfaßt insbesondere Siliciumcarbid-Pulver.

Die Erfindung hat die folgenden Vorteile. Es kommt zu keiner Reaktion der Waferumgebung mit dem SiC sowie mit dem Prozeßgas der Epitaxie wie z. B. Propan, Silan und Wasserstoff. Damit wird die Reinheit der Epitaxieschicht verbessert und eine höhere Lebensdauer des Werkstücks erreicht. Die mechanischen Eigenschaften der Substrathalterkomponenten sind gut, da Carbide an sich spröde sind, durch den duktilen metallischen Kern die Gesamtform jedoch stabilisiert wird und damit eine größere Flexibilität beim Design von Suszeptor, Probenhalter usw. möglich ist. Außerdem wird die Diffusion in den Carbiden gegenüber den Metallen stark reduziert. Als "Diffusionsbremsen" wirken insbesondere die Korngrenzen im metallischen Gefüge. Damit wird eine verbesserte Reinheit der Epitaxieschicht erreicht. Schließlich wird die Einlagerung von Wasserstoff in das Kristallgitter unterbunden, wodurch eine rationelle Prozeßführung ermöglicht wird.

Die Erfindung wird im folgenden zum besseren Verständnis anhand zeichnerisch dargestellter Ausführungsbeispiele erläutert, wobei Bezug genommen wird auf die beigefügten Zeichnungen.

Fig. 1 zeigt eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Graphit-Suszeptors mit Carbid-Einsatz im Querschnitt.

Fig. 2 zeigt im Querschnitt das Gefüge eines mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Einsatzes für den Graphit-Suszeptor nach Fig. 1.

Fig. 3 zeigt eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Einsatzes für eine Multiwafer-Epitaxieanlage im Aufsicht.

Fig. 1 stellt im Querschnitt eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Suszeptors 1 dar. Vorzugsweise wird der Suszeptor 1 aus Graphit hergestellt, damit er optimale Wärmeleitfähigkeit besitzt und für eine Induktionsheizung (mit Wirbelstrom) die entsprechenden optimalen elektrischen Eigenschaften aufweist. Die genaue Form des Suszeptors 1 kann ohne Einschränkung durch die Erfindung an den Ofen angepaßt werden. So kann der Suszeptor 1 Verlängerungen 4 aufweisen, die als Gestell zur Befestigung in einem (nicht dargestellten) Ofen dienen. Die Verlängerungen 4 an der Seite des Suszeptors 1 in Fig. 1 können aus demselben Material wie der Suszeptor 1 bestehen und mit diesem einstückig verbunden sein oder aus einem anderen Material geformt sein und mit dem Suszeptor 1 formschlüssig verbunden sein.

Auf einer Oberseite weist der Suszeptor 1 erfindungsge-

mäß eine Vertiefung für einen Einsatz 2 auf. Diese Vertiefung dient zur Aufnahme einer oder mehrerer Kacheln oder Einsätze 2, auf denen jeweils ein Wafer oder ein Substrat 3 aus einem Halbleitermaterial liegt. Insbesondere, aber nicht ausschließlich ist, wie oben bereits erläutert, die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Halterung eines Substrats für Halbleitermaterialien geeignet, die bei sehr hohen Temperaturen bearbeitet werden müssen, wie SiC etc. Die Verarbeitung des Substrats aus SiC kann z. B. das epitaxiale Aufwachsen von SiC auf dem Substrat beinhalten.

Der erfindungsgemäße Einsatz 2 in dem Suszeptor 1 muß einerseits einer sehr hohen Temperaturbelastung standhalten und darf andererseits nicht durch die H-Atmosphäre in seinen Eigenschaften beeinträchtigt werden. Erfindungsgemäß besteht der Einsatz 2 daher aus einem temperaturstabilen Carbid, das gegenüber Wasserstoff inert ist und sich mit SiC im chemischen Gleichgewicht befindet.

Damit durch das Kation im Carbid keine Verunreinigung in das Siliciumcarbid eingebracht wird, scheiden einige Metalle als Carbid-Kationen aus, insbesondere Al und B, die sonst in das SiC diffundieren oder in die Epitaxieschicht eingebaut werden und als Akzeptoren wirken könnten. Vorzugsweise werden daher als Kationen des Carbids Tantal, Molybdän, Niob, Wolfram und weitere Nebengruppenelemente wie Cr, Hf, V etc. eingesetzt.

Bei einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird der Einsatz 2 durch Sintern oder Tempern eines Gemisches aus Metallpulver und Kohlenstoff hergestellt. Unter Druck und bei hoher Temperatur kommt es in dem Pulvergemisch zu einer Carburierung. Ein Querschnitt durch den so gewonnenen Verbundwerkstoff ist als Teil des Einsatzes 2 in Fig. 2 gezeigt. Die Oberfläche 5 des Einsatzes 2 wird im wesentlichen durch Carbid 6 gebildet, während tiefer in dem Einsatz 2 das Metall in Form metallischer Gefügekörner 7 vorliegt. Die metallischen Körner 7 weisen jeweils eine Korngrenze 8 auf, an der das Metall ebenfalls wenigstens teilweise carbidisiert ist.

Bei einer anderen bevorzugten (nicht dargestellten) Ausführungsform der Erfindung wird eine "Sandwich"-Struktur als Einsatz verwendet, bei der die Oberfläche eine Schicht aus Metallcarbid ist, die mit einer anderen Technik als der in dem obigen Absatz beschriebenen aufgebracht wird (z. B. Abscheidung aus der Gasphase etc.), und bei der der Kern des Einsatzes 2 ein Graphit-Körper oder ein Metallkörper ist. Diese Ausführungsform hat den Vorteil, daß die Formgebung des Einsatzes 2 einfacher ist als bei der obigen Herstellung mittels Sintern oder Tempern des gesamten Einsatzes.

Insbesondere kann bei der letztgenannten Struktur die Dicke der Schicht aus Metallcarbid besonders einfach eingestellt werden, so daß vor allem die Teile in unmittelbarer Nähe des Wafers versiegelt sind. Als Kern des Einsatzes 2 kommen wiederum verschiedene Materialien in Frage, wie z. B. Graphit, Metalle wie Mo, W, Hf usw. und weitere Verbundmaterialien, die den Anforderungen an Temperatur und chemischer Belastung standhalten.

Das erfindungsgemäße Verfahren zum Herstellen eines Suszeptors mit einer Oberflächenschicht aus Metallcarbid beruht auf dem Tempern bzw. Sintern einer in SiC-Pulver eingebetteten Vorform, vorzugsweise bei einer Temperatur zwischen 1500°C und 2000°C, und der anschließenden Hartbearbeitung zur endgültigen Formgebung. Mit diesem Prozeß wird ein Verbundwerkstoff erzeugt, der aus einer je nach Temperbedingungen mehr oder weniger dicken Carbid-Oberflächenschicht und noch nicht carbidisiertem Metall im Inneren besteht.

Fig. 3 zeigt eine Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Einsatzes in seiner Gesamtgröße. Im Außenbereich ist der Suszeptor 1 dargestellt. Der Einsatz 2 setzt sich aus meh-

rerer Kacheln 9 zusammen, die alle im wesentlichen eine solche Form haben, daß ein (nicht dargestellter) Wafer 3 auf ihnen Platz findet. In der dargestellten Ausführungsform des Einsatzes 2 ist dieser für 6 Wafer ausgelegt. Der Suszeptor 1 wird um eine Achse, die durch die Mitte des Suszeptors 1 in Fig. 3 senkrecht zur Zeichenebene verläuft, gedreht. Die Rotation kann je nach Bearbeitungsschritt der Wafer 3 mit höherer Geschwindigkeit erfolgen, u. a. um einen stabilen Gasstrom in der (nicht dargestellten) Kammer oder dem Ofen bei der Bearbeitung zu gewährleisten. Damit die Wafer 3 bei der Drehung einen definierten Abstand zueinander einhalten und nicht verrutschen, ist in jeder Kachel 9 eine Vertiefung 10 vorgesehen, deren Durchmesser dem Durchmesser eines Wafers entspricht. Damit ist der in Fig. 3 dargestellte Einsatz 2 für Multiwafer-Epitaxieanlage besonders geeignet.

Ein weiterer Vorteil der Ausführungsform nach Fig. 3 liegt darin, daß definierte Umgebungsbedingungen für die Wafer geschaffen werden können. Eine Kombination der Carbide mit Graphit oder auch Metallen wie Ta, Mo, W beim Gesamtaufbau ist nämlich insbesondere in der heißen Zone eines Epireaktors wünschenswert und im chemischen Gleichgewicht möglich. Da für den Verunreinigungseintrag insbesondere die direkte Umgebung des Wafers kritisch ist, werden vorzugsweise dort die Carbide eingesetzt. Durch die Vertiefung 10 in den Kacheln 9 kann so verhindert werden, daß der Wafer 3 verrutscht und an einen Ort gelangt, bei dem weniger Carbide vorliegen, so daß es zu einer Kontamination des Wafers kommen kann.

11. Verfahren zum Herstellen eines Suszeptors (1) mit einer Oberflächenschicht (6) aus Metallcarbid, gekennzeichnet durch die Schritte:

Erzeugen einer metallischen Vorform,

Einbetten der metallischen Vorform in ein kohlenstoffhaltiges Pulver,

Aufheizen der metallischen Vorform und des kohlenstoffhaltigen Pulvers auf eine erhöhte Temperatur,

Hartbearbeiten der getemperten Vorform,

Anordnen der hartbearbeiteten Vorform an dem Suszeptor (1) als Einsatz (2).

12. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Aufheizen unter erhöhtem Druck erfolgt.

13. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, daß die erhöhte Temperatur zwischen 1500°C und 2000°C liegt.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß das kohlenstoffhaltige Pulver Siliciumcarbid-Pulver umfaßt.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

#### Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Halten eines Substrats, die einen Suszeptor (1) als Unterlage für das zu beschichtende Substrat (2) umfaßt, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Suszeptor (1) einen Einsatz (3) umfaßt, dessen Oberfläche (5) wenigstens teilweise mit einer Metallcarbid-Schicht (6) vorgegebener Dicke bedeckt ist.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Einsatz (3) mehrere Kacheln (9) für jeweils ein Substrat (3) umfaßt.
3. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß jede Kachel (9) eine Vertiefung (10) für ein Substrat (3) aufweist.
4. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Einsatz (3) einen Graphit-Kern umfaßt, der mit der Metallcarbid-Schicht (6) bedeckt ist.
5. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Einsatz (3) einen Metall-Kern (7) umfaßt, der mit der Metallcarbid-Schicht (6) bedeckt ist.
6. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Dicke der Metallcarbid-Schicht (6) mit dem Abstand vom Wafer (3) sinkt.
7. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Metallcarbid-Schicht (6) für den Einsatz (3) Tantalcarbid umfaßt.
8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Metallcarbid-Schicht (6) für den Einsatz (3) Niobcarbid umfaßt.
9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Metallcarbid-Schicht (6) für den Einsatz (3) Wolframcarbid umfaßt.
10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Metallcarbid-Schicht (6) für den Einsatz (3) Molybdaencarbid umfaßt.

FIG 1

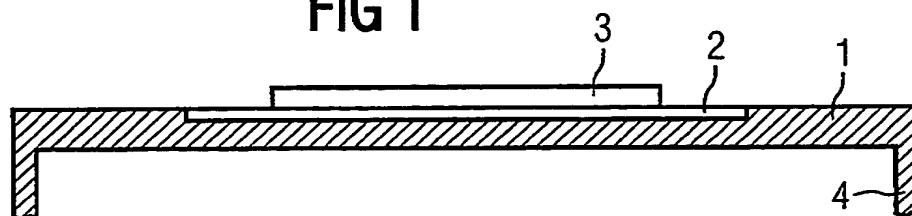


FIG 2

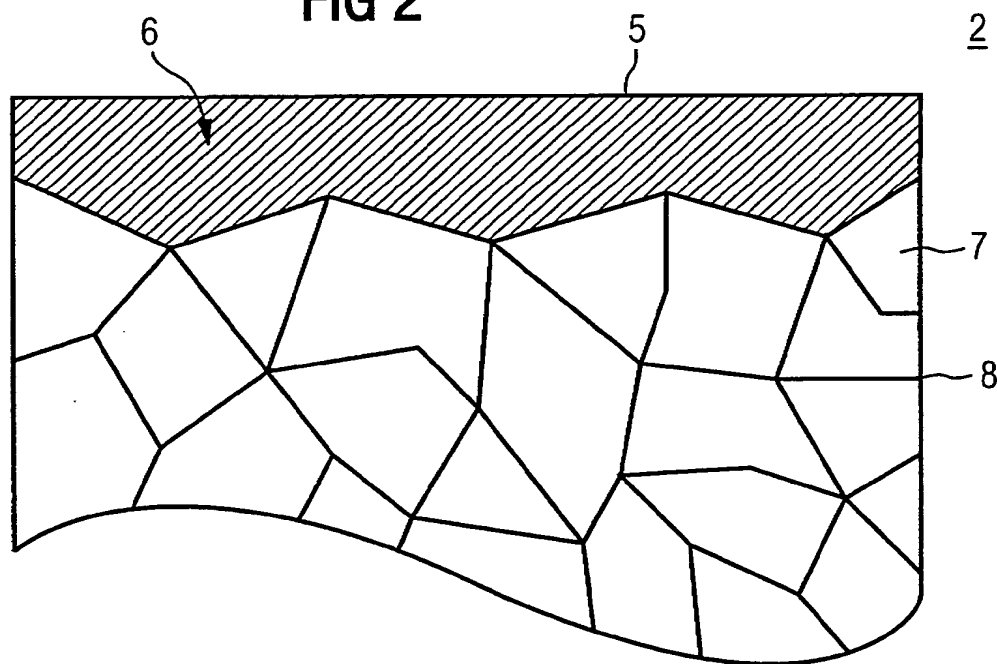


FIG 3

